

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
**Image Problem Mailbox.**

**DERWENT- 2000-681899****ACC-NO:****DERWENT- 200067****WEEK:*****COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD***

**TITLE:** High purity copper alloy sputtering target for semiconductor devices e.g. LSI semiconductor device, contains specific amount of carbon, nitrogen and sulfur according to content of oxygen

**PATENT-ASSIGNEE: JAPAN ENERGY CORP[NIHA]****PRIORITY-DATA: 1999JP-0044192 (February 23, 1999)****PATENT-FAMILY:**

<b>PUB-NO</b>	<b>PUB-DATE</b>	<b>LANGUAGE</b>	<b>PAGES</b>	<b>MAIN-IPC</b>
JP 2000239836 A	September 5, 2000	N/A	006	C23C 014/34

**APPLICATION-DATA:**

<b>PUB-NO</b>	<b>APPL-DESCRIPTOR</b>	<b>APPL-NO</b>	<b>APPL-DATE</b>
JP2000239836A	N/A	1999JP-0044192	February 23, 1999

**INT-CL (IPC): C23C014/34****ABSTRACTED-PUB-NO: JP2000239836A****BASIC-ABSTRACT:**

**NOVELTY** - Carbon content of 150 ppm or less, nitrogen content of 200 ppm or less and sulfur content of 50 ppm or less is used, for a content of oxygen of 50 ppm or less which is a source of inclusion target.

**DETAILED DESCRIPTION** - An **INDEPENDENT CLAIM** is also included for manufacturing method of high purity copper alloy sputtering target.

**USE** - For forming electrode, gate, insulating films, for semiconductor device

**e.g. LSI semiconductor device, etc.**

**ADVANTAGE - Inhibits formation of nodule effectively, since the contents of carbon, nitrogen, sulfur are reduced according to content of oxygen.**

**CHOSEN- Dwg.0/0**

**DRAWING:**

**TITLE- HIGH PURE COPPER ALLOY SPUTTER TARGET**

**TERMS: SEMICONDUCTOR DEVICE LSI SEMICONDUCTOR DEVICE  
CONTAIN SPECIFIC AMOUNT CARBON NITROGEN ACCORD  
CONTENT OXYGEN**

**DERWENT-CLASS: L03 M13 U11**

**CPI-CODES: L04-D02; M13-G02;**

**EPI-CODES: U11-C09A;**

**SECONDARY-ACC-NO:**

**CPI Secondary Accession Numbers: C2000-207717**

**Non-CPI Secondary Accession Numbers: N2000-504884**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-239836

(P2000-239836A)

(43) 公開日 平成12年9月5日(2000.9.5)

(51) Int.Cl.

識別記号

F I

キーワード(参考)

C 2 3 C 14/34

C 2 3 C 14/34

A 4 K 0 2 9

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平11-44192

(22) 出願日

平成11年2月23日(1999.2.23)

(71) 出願人 000231109

株式会社ジャパンエナジー

東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

(72) 発明者 高橋 一成

茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株

式会社ジャパンエナジー磯原工場内

(72) 発明者 宮下 博仁

茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株

式会社ジャパンエナジー磯原工場内

(74) 代理人 100093296

弁理士 小越 勇 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高純度銅及び銅合金ターゲットに観察される突起物または穴を減少させ、スパッタリング時のノジュールの生成を防止して、パーティクルの発生を抑える。

【解決手段】 高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットにおいて、該ターゲット中の酸素含有量が100ppm以下、炭素含有量が150ppm以下、窒素が50ppm以下および硫黄の含有量が200ppm以下である高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットおよび該ターゲット表面から行った超音波探傷検査における、フラットボトムホール0.5mm径以上のインデケーション数が0.014個/cm<sup>2</sup>以下である同スパッタリングターゲット。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットにおいて、該ターゲット中の酸素含有量が100ppm以下、炭素含有量が150ppm以下、窒素が50ppm以下および硫黄の含有量が200ppm以下であることを特徴とする高純度銅または銅合金スパッタリングターゲット。

【請求項2】 高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットにおいて、該ターゲット中の酸素含有量が40ppm以下、炭素含有量が80ppm以下、窒素が20ppm以下および硫黄の含有量が120ppm以下であることを特徴とする高純度銅または銅合金スパッタリングターゲット。

【請求項3】 高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットにおいて、該ターゲット表面から行った超音波探傷検査における、フラットボトムホール0.5mm径以上のインディケーション数が0.014個/cm<sup>2</sup>以下であることを特徴とする高純度銅または銅合金スパッタリングターゲット。

【請求項4】 電子ビーム溶解または真空誘導スカル溶解により溶解精造した高純度銅または銅合金インゴットを用いることを特徴とするターゲット中の酸素含有量が100ppm以下、炭素含有量が150ppm以下、窒素が50ppm以下および硫黄の含有量が200ppm以下である高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項5】 ターゲット表面から行った超音波探傷検査におけるフラットボトムホール0.5mm径以上のインディケーション数が0.014個/cm<sup>2</sup>以下であることを特徴とする請求項4記載の高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は高純度銅または銅合金（明細書で記載する銅合金も高純度である）スパッタリングターゲットおよびその製造方法に関するものであり、特にスパッタリングにより薄膜を形成する際に、ターゲット表面上の突起物（ノジュール）の発生が少なく、かつ異常放電による突起物（ノジュール）の破裂等によるパーティクルの発生が少ない高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットおよびその製造方法に関するものである。なお、本明細書で使用する%およびppmは、それぞれmass%およびmass ppmを現わす。

## 【0002】

【従来の技術】 スパッタリング法は加速された荷電粒子がターゲット表面に衝突する時に運動量の交換によりターゲットを構成する原子が空間に放出されて対向する基板に堆積することを利用して基板上に皮膜を形成するものである。スパッタリングターゲットは通常円盤状また

は矩形の板であり、スパッタリングにより各種半導体デバイスの電極、ゲート、素子、絶縁膜、保護膜等を基板上に形成するためのスパッタ源となる。スパッタリングターゲットとしては、アルミニウム及びアルミニウム合金ターゲット、銅及び銅合金ターゲット、高融点金属及び合金ターゲット、金属シリサイドターゲット等が使用されている。

【0003】 このようなターゲットの中で現在、重要なものの一つが、従来のアルミニウム配線に代わる銅配線形成用の銅及び銅合金ターゲットである。一方、スパッタリングによる成膜に際し、スパッタリングのターゲットエロージョン部にノジュールと呼ばれる数μmから数mmの大きさの突起物を生じることがある。そしてこれがスパッタ中に荷電粒子の衝撃により、はじけて基板上にパーティクル（クラスター状の粗大飛来物）を発生するという問題がクローズアップされている。このパーティクルの発生はターゲットのエロージョン面上のノジュール数が多いほど増加し、問題となるパーティクルを減少させる上でノジュールの生成を防止することが大きな課題となっている。LSI半導体デバイスが高集積度化し、配線幅が0.25μm以下と微細化されつつある最近の状況下では、特に上記ノジュールからのパーティクル発生が重大な問題としてとらえられるようになった。

【0004】 すなわち、パーティクルは基板上に形成される薄膜に直接付着したり、あるいは一旦スパッタリング装置の周囲壁ないし部品に付着、堆積した後で再剥離し、これが再び薄膜上に付着して配線の断線や短絡等といった重大な問題を引き起こす原因となった。このような電子デバイス回路の高集積度化や微細化が進むにつれてパーティクル問題は極めて重要な課題となってきたのである。従来、このようなパーティクル発生の原因となるノジュールを減らすためにスパッタリング操作条件の調整やマグネットの改良等の努力が重ねられてきたが、ノジュールの生成原因がはっきりしていないこともあって、ノジュールの生成を防止することに着目したターゲットの品質改善はあまり行われていなかった。

【0005】 しかし最近、ノジュールはターゲット表面のエロージョンされる部分の凹凸部に生じやすく、エロージョンされるターゲット表面の表面粗さが細かい程、また平滑化する程、発生するノジュール数が少ないことがわかってきた。このノジュールについては、スパッタリングターゲットから低角度でたたき出された粒子がターゲットの凸部に再付着しやすく、再付着の速度がエロージョンされる速度よりも早い場合に、ノジュールとして成長するものと考えられる。したがって、凹凸が激しい場合は再付着が起こり易いためにノジュールが成長しやすく、結果として多数のノジュールが生じるものと考えられた。

【0006】 この考察に基づいてスパッタリングターゲットの表面を機械加工、研磨加工、ケミカルエッチング

等の方法で表面粗さを調整したスパッタリングターゲットは、ノジュール数の低減及びパーティクルの低減が認められ、そしてさらに切削加工によるバイト等の加工工具の摩耗によるターゲット表面への該加工材料の残留、研磨材の残留、ケミカルエッチングによる表面水素含有量の増加等がいずれもノジュールの生成を促すことが判明した。以上から、スパッタリングターゲットのエロージョンされる面の表面粗さを低減させ、また表面加工時にエロージョンされる表面に、機械加工、研磨加工、ケミカルエッチング等の加工時に付着する汚染物質を低減させることにより、スパッタリング時のノジュールの生成を防止してパーティクルの発生を抑える対応が取られている。

【0007】このような状況下で、銅及び銅合金ターゲットに関して上記改善を押し進めてきたが、スパッタリングターゲットのエロージョンされる表面に機械加工、研磨加工、ケミカルエッチング等の加工方法を調整しても、また加工時の汚染を除去しても突起物または穴が多数観察され、ノジュール生成を抑制する根本的な解決に至っていなかった。そして、上記に観察される突起物または穴がエロージョンされる表面に残存する上記汚染物等の凹凸と同様に、ノジュールの発生核として作用することが判明した。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】このようなことから、本発明は高純度銅及び銅合金ターゲットに観察される突起物または穴を減少させ、スパッタリングの際のノジュールの生成を防止して、パーティクルの発生を抑えようとするものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記問題点を解決するために鋭意研究を行なった結果、次のような知見が得られた。すなわち、高純度銅及び銅合金スパッタリングターゲットの表面加工中に現れる突起物及び穴を子細に検討した結果、これらの突起物及び穴はスパッタリングターゲット内部に存在する酸化物、炭化物、窒化物または硫化物の介在物がターゲット加工中に表面に現れ、一部は表面に露出、一部は加工中に抜け落ちてターゲット表面に穴を残すことが判明した。そして、これらの介在物が表面に露出した際の突起または抜け落ちた際の穴は、表面の凹凸と同様に、スパッタリングから低角度でたたき出された粒子が再付着しノジュールを発生させる。加えて、これら介在物自身がエロージョン面でのマイクロアーキングを引き起こし、表面の一部が局部的に溶融凝固して凹凸部を形成して、新たなノジュール生成場所となる。また、同時にこのようなマイクロアーキングそのものによりパーティクルが増加することも分かった。

【0010】このため、介在物源である酸素、炭素、窒素または硫黄のターゲット内含有量を調べ、ターゲット

の製造条件を改善し、これらの含有量をできるだけ低減させた結果、ターゲット内部の介在物の数は減少し、これに伴ないノジュールの生成が抑制され、かつパーティクルが低減することが判明した。これらの不純物を低減させる方法として、電子ビーム溶解または真空誘導スカル溶解により溶解鑄造し高純度銅または銅合金インゴットとする方法が有効である。さらに、これらの介在物の存在頻度を示す指標として、一つが介在物源である酸素、炭素、窒素、または硫黄自体の含有量であり、もう一つとしてターゲット材の超音波探傷検査におけるインディケーション（Indication）数を用いることができることが明らかになった。

【0011】これらの知見に基づいて、本発明は

1 高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットにおいて、該ターゲット中の酸素含有量が100ppm以下、炭素含有量が150ppm以下、窒素が50ppm以下および硫黄の含有量が200ppm以下であることを特徴とする高純度銅または銅合金スパッタリングターゲット

2 高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットにおいて、該ターゲット中の酸素含有量が40ppm以下、炭素含有量が80ppm以下、窒素が20ppm以下および硫黄の含有量が120ppm以下であることを特徴とする高純度銅または銅合金スパッタリングターゲット

3 高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットにおいて、該ターゲット表面から行った超音波探傷検査における、フラットボトムホール0.5mm径以上のインディケーション数が0.014個/cm<sup>2</sup>以下であることを特徴とする高純度銅または銅合金スパッタリングターゲット

4 電子ビーム溶解または真空誘導スカル溶解により溶解鑄造した高純度銅または銅合金インゴットを用いることを特徴とするターゲット中の酸素含有量が100ppm以下、炭素含有量が150ppm以下、窒素が50ppm以下および硫黄の含有量が200ppm以下である高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットの製造方法

5 ターゲット表面から行った超音波探傷検査におけるフラットボトムホール0.5mm径以上のインディケーション数が0.014個/cm<sup>2</sup>以下であることを特徴とする上記4記載の高純度銅または銅合金スパッタリングターゲットの製造方法を提供するものである。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明のスパッタリングターゲットの素材として用いる高純度銅は4N以上の銅を意味し、高純度銅合金とはスパッタリングターゲットとして通常添加されるAl、Ag、B、Cr、Ge、Mg、Nd、Si、Sn、Ti、Zr等の元素を高純度銅に一種または二種以上を10%以下含有するものである。ま

た、本発明のスパッタリングターゲットの製造に用いる原料としては、市販の高純度銅材料及び上記の合金成分材料を使用することができるが、電子デバイス等に悪影響を及ぼす放射性元素、アルカリ金属、遷移金属、重金属等の不純物含有量を極力低減させることが必要である。特に半導体装置では、不純物であるUやTh等の放射性元素は放射線によるMOSへの影響、Na、K等のアルカリ金属、アルカリ土類金属はMOS界面特性の劣化、Fe、Ni、Co等の遷移金属または重金属は界面準位の発生や接合リークを起こし、これらが銅皮膜を通じて半導体装置への汚染となる可能性があるからである。アルカリ金属、アルカリ土類金属については総量を5ppm以下、放射性元素の総量を1ppb以下、合金元素以外の不純物として含有する重金属、軽金属の総量を10ppm以下とするのが望ましい。

【0013】ターゲットは通常、原料を溶解及び casting し、 casting 後の素材を結晶組織、粒径等を適切なものとするため鍛造や圧延等の塑性加工処理及び熱処理を施し、その後円板状等の最終ターゲット寸法に仕上げることににより作製される。鍛造や圧延等の塑性加工と熱処理を適切に組み合わせることによりターゲットの結晶方位等の品質の調整を行なうことができる。銅及び銅合金における介在物は主として酸化物、窒化物、炭化物、硫化物であり、原料の溶解、 casting の過程で発生する。このため、溶解及び casting は非酸化性雰囲気中、好ましくは介在物源である酸素、窒素、硫黄の除去を効率的に行なうために真空中で行い、溶解方法としては従来の高周波溶解時に使用されるグラファイトルツボからの炭素及び酸素の汚染を避けるため、水冷銅ルツボを用いた電子ビーム溶解または真空誘導スカル溶解そして水冷銅モールドの使用が適している。

【0014】スパッタリングの際のノジュールは、ターゲット中の介在物がターゲット表面に露出した突起物または介在物が抜けた穴へのスパッタ粒子の再付着により発生する。さらに、表面に露出した介在物突起自体がマイクロアーキングにより破裂してその近傍に凹凸を作り、同じく粒子の再付着によりノジュールが発生する。ノジュールの原因となる介在物は前記のように酸化物、炭化物、窒化物、硫化物であり、これらの介在物源である酸素含有量が100ppm、炭素含有量が150ppm、窒素が50ppmおよび硫黄の含有量が200ppmを越えると、最終仕上げ後のターゲット表面において目視できるような0.5mm以上の粗大な介在物または介在物が抜けた穴が観察される頻度は急激に増加し、結果としてスパッタ中のノジュールは多発し、パーティクルレベルは高くなる。上記不純物は、酸素含有量が40ppm以下、炭素含有量が80ppm以下、窒素が20ppm以下、または硫黄の含有量が120ppm以下であることが好ましい。これは酸素、炭素、硫黄に関しては銅中の固溶限以内として、熱平衡論的に介在物の生成

を防ぐためであり、窒素が20ppm以下ではマイクロ組織観察で窒化物が観察されないためである。

【0015】さらに、ターゲット表面から超音波探傷検査を行い、その結果観察されるフラットボトムホール(Flat Bottom Hole)0.5mm径以上のインディケーション(Indication)数が0.014個/cm<sup>2</sup>以下とする。これは上記介在物の存在頻度を示す直接的な指標である。ここで、超音波探傷によるインディケーションの測定は、インディケーションまでの距離、インディケーションの大きさ、形状等によって異なる反射エコーの強さから求めることができる。一般には種々の深さ、大きさに機械加工を行なったフラットボトムホール(平底穴)からの反射エコーを用いて測定したDGS線図とインディケーションエコーの強さを比較することによりインディケーションの大きさを推定する。従って、フラットボトムホール0.5mm径とはその深さの直径0.5mmの平底穴からの反射エコーと同等の強さをもつインディケーションの大きさを表すものであり、等価直径とも呼ばれる。

【0016】このフラットボトムホール0.5mm径相当のインディケーション数0.014個/cm<sup>2</sup>を超えると、上記した最終仕上げ後のターゲット表面において目視できるような0.5mm以上の粗大な介在物または介在物が抜けた穴が観察される頻度が急激に増加し、結果としてスパッタリング中のノジュールは多発し、パーティクルレベルは高くなる。なお、このインディケーション数は通常のターゲット、すなわち300径×(10-15mm)厚では10個程度である。以上により、本発明の高純度銅および銅合金ターゲットを使用することにより、スパッタリング時のノジュールの生成を防止して、パーティクルの発生を抑えようとするものである。

【0017】

【実施例および比較例】以下、実施例および比較例に基づいて説明する。なお、本実施例は一例であり、これらの実施例に制限されるものではない。すなわち本発明の技術思想に含まれる他の態様および変形を含むものである。実施例および比較例に適用した超音波探傷条件、ターゲットの表面処理およびスパッタリングの条件とターゲットの評価法を以下に示す。

(超音波探傷条件)

振動子の直径 : 9.5mm

振動面積 : 68mm<sup>2</sup>

振動子形状 : 円形

超音波周波数 : 5~10MHz

(ターゲットの表面処理) また、使用するターゲットは旋盤により旋削加工後、エロージョンされる面を精密旋盤でダイヤモンド仕上切削し、超純粋洗浄及び真空乾燥を施した。介在物に起因する突起及び穴を除いた領域でのターゲット表面の平均表面粗さ(Ra)は約0.04~0.06μmである。

(スパッタリング条件とターゲットの評価法) ターゲットをスパッタ装置に装着し、100kWh間スパッタリングした後に取り外し、ターゲットエロージョン面のノジュール数をカウントした。

【0018】(実施例1) 原料として6N-Cu電解銅を準備し、電子ビーム溶解炉にて真空溶解鑄造した高純度銅インゴットを用い、直径が300mm、厚さ10mmのターゲットを作製した。

(1) 酸素、炭素、窒素、硫黄含有量はそれぞれ10ppm、10ppm、10ppm、10ppmであった。

(2) インディケーション数: 0 個/cm<sup>2</sup>

(3) ノジュール数: 0個

以上に示す通り、酸素、炭素、窒素、硫黄含有量が極めて少なく、ノジュールが存在しない極めて良好なターゲットであった。

【0019】(実施例2) 原料として5N-Cu電解銅を準備し、真空誘導スカル溶解炉にて真空溶解鑄造した高純度Cuインゴットを用い、直径が300mm、厚さ10mmのターゲットを作製した。なお、この場合、鑄造モールドにはグラファイトを使用した。

(1) 酸素、炭素、窒素、硫黄含有量はそれぞれ40ppm、80ppm、20ppm、30ppmであった。

(2) インディケーション数: 0.0028 個/cm<sup>2</sup>

(3) ノジュール数: 0個

実施例1と同様に、酸素、炭素、窒素、硫黄含有量が極めて少なく、ノジュールが存在しない極めて良好なターゲットであった。

【0020】(実施例3) 原料として4N-Cu電解銅を用いて、真空誘導スカル溶解炉にて真空溶解鑄造した高純度Cuインゴットを用い、直径が300mm、厚さ10mmのターゲットを作製した。なお、この場合、鑄造モールドは水冷銅モールドを使用した。

(1) 酸素、炭素、窒素、硫黄含有量はそれぞれ30ppm、20ppm、20ppm、120ppmであった。

(2) インディケーション数: 0.0028 個/cm<sup>2</sup>

(3) ノジュール数: 0個

実施例1および2と同様に、酸素、炭素、窒素、硫黄含有量が極めて少なく、ノジュールが存在しない極めて良好なターゲットであった。

【0021】(実施例4) 原料として4N-Cu電解銅を用いて、真空誘導スカル溶解炉にて真空溶解鑄造した高純度Cu-1%Zrインゴットを用い、直径が300mm、厚さ10mmのターゲットを作製した。なお、この場合、鑄造モールドはグラファイトを使用した。

(1) 酸素、炭素、窒素、硫黄含有量はそれぞれ100ppm、150ppm、50ppm、200ppmであ

った。

(2) インディケーション数: 0.014 個/cm<sup>2</sup>

(3) ノジュール数: 7個

実施例1~3よりも、酸素、炭素、窒素、硫黄含有量が多く、インディケーション数がやや大きいため、ノジュールの発生があるが、従来のターゲットに比べると良好なターゲットであり、パーティクルの発生を効果的に抑えることができる。

【0022】(実施例5) 原料として6N-Cu電解銅を用い真空誘導スカル溶解炉にて真空溶解鑄造した高純度Cu-1%Tiインゴットを用い、直径が300mm、厚さ10mmのターゲットを作製した。なお、この場合、鑄造モールドはグラファイトを使用した。

(1) 酸素、炭素、窒素、硫黄含有量はそれぞれ100ppm、130ppm、30ppm、40ppmであった。

(2) インディケーション数: 0.011個/cm<sup>2</sup>

(3) ノジュール数: 5個

実施例4と同様に、実施例1~3よりも酸素、炭素、窒素、硫黄含有量が多く、インディケーション数がやや大きいため、ノジュールの発生があるが、従来のターゲットに比べると良好なターゲットであり、パーティクルの発生を効果的に抑えることができる。

【0023】(実施例6) 原料として5N-Cu電解銅を準備し、真空誘導溶解炉にて真空溶解鑄造した高純度Cuインゴットを用い、直径が300mm、厚さ10mmのターゲットを作製した。なお、この場合、ルツボ及び鑄造モールドはグラファイトを使用した。

(1) 酸素、炭素、窒素、硫黄含有量はそれぞれ100ppm、120ppm、40ppm、140ppmであった。

(2) インディケーション数: 0.0084 個/cm<sup>2</sup>

(3) ノジュール数: 5個

実施例4および5と同様に、実施例1~3よりも酸素、炭素、窒素、硫黄含有量が多く、インディケーション数がやや大きいため、ノジュールの発生があるが、従来のターゲットに比べると良好なターゲットであり、パーティクルの発生を効果的に抑えることができる。

【0024】(比較例1) 原料として4N-Cu電解銅を準備し、大気溶解炉にて溶解鑄造した高純度Cuインゴットを用い、直径が300mm、厚さ10mmのターゲットを作製した。なお、この場合、鋳鉄製鑄造モールドを使用した。

(1) 酸素、炭素、窒素、硫黄含有量はそれぞれ200ppm、50ppm、15ppm、250ppmであった。

(2) インディケーション数: 0.1 個/cm<sup>2</sup>

(3) ノジュール数: 52個

酸素および硫黄の含有量が高いためインディケーション

10

20

30

40

50



数が大きくなり、ノジュールの発生が多くなっている。これによりパーティクルの発生が著しく多くなり問題となるターゲットである。

【0025】(比較例2)原料として6N-Cu電解銅を準備し、大気溶解炉にて溶解鋳造した高純度Cuインゴットを用い、直径が300mm、厚さ10mmのターゲットを作製した。なお、この場合、鋳鉄鋳造モールドを使用。

(1) 酸素、炭素、窒素、硫黄含有量はそれぞれ180ppm、50ppm、15ppm、30ppmであった。

(2) インディケーション数: 0.084 個/cm<sup>2</sup>

(3) ノジュール数: 34個

比較例1よりは不純物の量は少ないが、酸素の含有量が高いためインディケーション数が大きくなり、ノジュールの発生が多くなっている。これによりパーティクルの発生が著しく多くなり不適切なターゲットである。

【0026】(比較例3)原料として6N-Cu電解銅を準備し、真空誘導溶解炉にて真空溶解鋳造した高純度Cu-1%Zrインゴットを用い、直径が300mm、厚さ10mmのターゲットを作製した。なお、この場合、ルツボ及び鋳造モールドはグラファイトを使用した。

(1) 酸素、炭素、窒素、硫黄含有量はそれぞれ100ppm、220ppm、60ppm、140ppmであった。

(2) インディケーション数: 0.098 個/cm<sup>2</sup>

(3) ノジュール数: 63個

この場合は、炭素の含有量が高くインディケーション数が大きくなり、ノジュールの発生が多くなっている。これによりパーティクルの発生が著しく多くなり不適切な

ターゲットである。

【0027】(比較例4)原料として4N-Cu電解銅を準備し、真空スカル溶解炉にて真空溶解鋳造した高純度Cu-1%Zrインゴットを用い、直径が300mm、厚さ10mmのターゲットを作製した。

(1) 酸素、炭素、窒素、硫黄含有量: 80、120、80、100ppm

(2) インディケーション数: 0.028 個/cm<sup>2</sup>

(3) ノジュール数: 21個

この場合は、窒素の含有量が高くインディケーション数が大きくなり、ノジュールの発生が多くなっている。これによりパーティクルの発生が著しく多くなり実施例3と同様に不適切なターゲットである。

【0028】

【発明の効果】電子ビーム溶解または真空誘導スカル溶解により溶解鋳造した高純度銅または銅合金インゴットを使用してターゲットを作製し、ターゲット中の介在物源である酸素、炭素、窒素または硫黄の含有量をできるだけ低減させて厳密にコントロールし、これによりノジュールの生成を抑制し、効果的にパーティクルを低減するものである。また、これらの介在物の存在頻度を示す指標として、さらにターゲット材の超音波探傷検査におけるインディケーション数を用いることにより、ターゲットの良否を判別し、安定したスパッタリングの条件が容易に得られるようにすることができる優れた効果を有する。LSI半導体デバイスが高集積度化し配線幅が0.25μm以下と微細化している状況下において、短絡や断線等の問題を防止できる銅配線等の形成に好適な高純度銅及び銅合金ターゲットを提供することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 福世 秀秋

茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株式会社ジャパンエナジー磯原工場内

Fターム(参考) 4K029 BA08 DC03 DC04 DC08